

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号: 56404—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5040—2016

---

### 预还原型氨合成催化剂 化学成分分析方法

Analytical method of chemical composition  
in pre-reduced ammonia synthesis catalysts

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本标准起草单位：南化集团研究院、湖南安淳高新技术有限公司、鲁西催化剂有限公司、山东临朐泰丰化工有限公司、湖北双雄催化剂有限公司。

本标准主要起草人：贺艳、谢定中、郭喜文、刘学成、周志斌、戴丰育、李瑞清。

# 预还原型氨合成催化剂化学成分分析方法

**警告**——本标准中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，部分操作具有危险性。本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者操作时应小心谨慎，并有责任采取适当的安全和健康措施。

## 1 范围

本标准规定了预还原型氨合成催化剂化学成分分析方法。

本标准适用于合成氨装置中，氢和氮反应制取氨用的预还原型氨合成催化剂中总铁（Fe）、氧化钙（CaO）、氧化镁（MgO）、氧化钾（K<sub>2</sub>O）、二氧化钛（TiO<sub>2</sub>）、二氧化硅（SiO<sub>2</sub>）、磷（P）、钴（Co）质量分数的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

HG/T 3554 氨合成催化剂化学成分分析方法

## 3 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

## 4 采样

### 4.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

### 4.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法分取约 100 g，在氮气氛围中用钢臼砸碎研细。再用四分法分取约 50 g，用玛瑙研钵或放入磨样机研细，使试样全部通过 150 μm 试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）。将磨好的试样放入称量瓶中，置于干燥器内，备用。

## HG/T 5040—2016

## 4.3 试料溶液的制备

## 4.3.1 试剂

4.3.1.1 盐酸。

4.3.1.2 高氯酸。

4.3.1.3 盐酸溶液：2+98。

4.3.1.4 硝酸溶液：1+1。

4.3.1.5 硫磷混酸。

量取 150 mL 硫酸，注入盛有 700 mL 水的烧杯中，冷却后再加入 150 mL 磷酸，搅拌均匀。

4.3.1.6 硫氰酸铵溶液：100 g/L。

4.3.1.7 硝酸银溶液：17 g/L。

## 4.3.2 操作步骤

## 4.3.2.1 试液 A 的制备

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿，加入 10 mL 盐酸（见 4.3.1.1），盖上表面皿，加热。待试料完全溶解后，用水冲洗表面皿及烧杯壁至约 50 mL，用中速滤纸过滤，再用盐酸溶液（见 4.3.1.3）洗涤滤纸 5 次，用水洗涤滤纸至用 pH 试纸检验滤液呈中性。将滤液及洗液移入 250 mL 容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，摇匀。

## 4.3.2.2 试液 B 的制备

称取约 2.5 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 250 mL 烧杯中，用水润湿，加入 20 mL 盐酸（见 4.3.1.1），盖上表面皿，加热（切勿沸腾）。待试料完全溶解后，用少量水冲洗表面皿及烧杯壁，加入 20 mL 高氯酸，在沙浴（或可调温电炉）上加热蒸发至冒高氯酸白烟，继续蒸发至烧杯内溶液体积小于 15 mL（切勿蒸干）。取下，冷却，加入 100 mL 沸水，加热煮沸使可溶性盐全部溶解。取下，用中速定量滤纸过滤，用热的盐酸溶液（见 4.3.1.3）洗涤沉淀至滤液与硫氰酸铵溶液反应不变红色，再用温水洗涤至滤液与硝酸银溶液反应不产生白色混浊。将滤液及洗液移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。保留滤纸上的沉淀 E，用于二氧化硅质量分数的测定。

## 4.3.2.3 试液 C 的制备（仅供含钴试样分析钴）

称取约 0.1 g 试样，精确至 0.000 1 g。置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸（见 4.3.1.1），加热溶解，蒸至近干。再加入 10 mL 硫磷混酸，继续加热并滴加 5 滴~8 滴硝酸溶液氧化，加热至冒白烟时取下烧杯，稍冷后加入少量水，使盐类溶解。移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。必要时，干过滤。

## 5 总铁（Fe）质量分数的测定——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）滴定法

按 HG/T 3554 第 5 章的规定，其中两次平行测定结果的允许差为不大于 0.30 %。

## 6 氧化钙（CaO）质量分数的测定——原子吸收分光光度法

按 HG/T 3554 中 8.1 的规定，其中平行测定结果的绝对差值为不大于 0.10 %。

## 7 氧化镁 (MgO) 质量分数的测定——原子吸收分光光度法

按 HG/T 3554 中 9.1 的规定。

## 8 氧化钾 (K<sub>2</sub>O) 质量分数的测定——高氯酸钾沉淀法

按 HG/T 3554 中 7.2 的规定，其中平行测定结果的绝对差值为不大于 0.20 %。为了消除高氯酸钾乙醇沉淀剂带来的影响，试验的同时需进行空白试验。

## 9 二氧化钛 (TiO<sub>2</sub>) 质量分数的测定——过氧化氢分光光度法

### 9.1 原理

在强酸溶液中，钛酰离子与过氧化氢形成稳定的黄色络合物，用分光光度法测定。3 价铁有干扰，可用试液作参比消除。

### 9.2 试剂

9.2.1 硫酸铵。

9.2.2 硫酸。

9.2.3 硫酸溶液：1+2。

9.2.4 过氧化氢溶液：1+9。

9.2.5 二氧化钛 (TiO<sub>2</sub>) 标准溶液：200 μg/mL。

称取 0.200 g 在 950 °C 灼烧 1 h 的高纯二氧化钛，置于铂坩埚中，加入 20 mL 硫酸（见 9.2.2）、6 g 硫酸铵，加热微沸至完全溶解。冷却，慢慢移入盛有 200 mL 硫酸溶液（见 9.2.3）的 1 000 mL 容量瓶中，冷却至室温，稀释至刻度，摇匀。

### 9.3 仪器

分光光度计：具有 420 nm 波长。

### 9.4 分析步骤

#### 9.4.1 工作曲线的绘制

取 5 个 50 mL 容量瓶，分别加入二氧化钛标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL。

向每个容量瓶中。加入 7 mL 硫酸溶液（见 9.2.3）、15 mL 过氧化氢溶液，稀释至刻度，摇匀。用 3 cm 吸收池，以不加入二氧化钛标准溶液的空白溶液为参比，于波长 420 nm 处测定标准系列溶液的吸光度。

以上述标准系列溶液中二氧化钛的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。或根据所得吸光度值计算出线性回归方程。

#### 9.4.2 测定

量取 10.00 mL 试液 A，置于 50 mL 容量瓶中，按 9.4.1 中第二段的规定处理和测定溶液的吸光度（以不加过氧化氢的试料溶液作参比），从工作曲线上查出或用线性回归方程计算出被测溶液中二

## HG/T 5040—2016

氧化钛的质量。

## 9.5 结果计算

二氧化钛 ( $\text{TiO}_2$ ) 质量分数  $w_1$ ，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得或通过回归方程式计算出的二氧化钛的质量的数值，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m$ ——分取试样的质量的数值，单位为克 (g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.20 %。

10 二氧化硅 ( $\text{SiO}_2$ ) 质量分数的测定——重量法

按 HG/T 3554 第 11 章的规定。

## 11 磷 (P) 质量分数的测定——磷钼杂多蓝分光光度法

按 HG/T 3554 第 13 章的规定，其中平行测定结果的绝对差值为不大于 0.005 %。

## 12 钴 (Co) 质量分数的测定——亚硝基红盐分光光度法

## 12.1 原理

在溶液 pH 值为 5.5~6.0 的乙酸钠介质中，钴、铁与亚硝基红盐生成可溶性的有色络合物。当加入硫酸时，铁等干扰元素与亚硝基红盐生成的有色络合物分解，借此进行钴的分光光度法测定。

## 12.2 试剂

12.2.1 硫酸溶液：1+2。

12.2.2 乙酸钠溶液：500 g/L。

12.2.3 亚硝基红盐溶液：5 g/L。

12.2.4 钴 (Co) 标准溶液：100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 12.3 仪器

分光光度计：具有 530 nm 波长。

## 12.4 分析步骤

## 12.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 150 mL 烧杯，分别加入 10.00 mL 试液 C (见 4.3.2.3)，依次加入钴 (Co) 标准溶液 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL。

向每个烧杯中加入 10 mL 亚硝基红盐溶液、10 mL 乙酸钠溶液，摇匀，加热沸腾约 1 min 后，随即加入 10 mL 硫酸溶液。冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用 0.5 cm 吸收池，以不加入钴 (Co) 标准溶液的空白溶液为参比，于波长 530 nm 处测定溶液的吸光度。

以上述溶液中钴的质量为横坐标、对应的吸光度值为纵坐标，绘制工作曲线。或根据所得吸光度值计算出线性回归方程式。

12.4.2 测定

量取 10.00 mL 试液 C，置于 150 mL 烧杯中，其余按 12.4.1 中第二段的规定处理并测定溶液的吸光度，从工作曲线上查得或通过线性回归方程式计算出溶液中钴的质量。

12.5 结果计算

钴（Co）质量分数  $w_2$ ，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \qquad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得或用线性回归方程计算出的被测溶液中钴的质量的数值，单位为微克（ $\mu\text{g}$ ）；

$m$ ——分取试样的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.10 %。

\_\_\_\_\_